

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-234193
(43)Date of publication of application : 28.08.2001

(51)Int.Cl. C11D 7/50
C11D 1/48
C11D 1/60
C11D 3/24
C11D 3/43
C11D 7/28

(21)Application number : 2000-206519 (71)Applicant : KANEKO KAGAKU:KK
(22)Date of filing : 07.07.2000 (72)Inventor : KANEKO BINSUKE

(30)Priority
Priority number : 11356247 Priority date : 15.12.1999 Priority country : JP

(54) SOLVENT COMPOSITION FOR CLEANING

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a solvent composition for cleaning excellent in penetrability enough to penetrate deeply into an extremely fine opening in a matter to be cleaned thereby permitting satisfactory cleaning.

SOLUTION: A fluorine-containing solvent having a boiling point of 40-70° C in an amount of 0.3-5.0 pts.wt. and/or a fluorine-containing surfactant in an amount of 0.05-5.0 pts.wt. are incorporated with 100 pts.wt. of n-propyl bromide(NPB) as a main component. Incorporation of these solvents having a small surface tension in itself anticipates lowering of the surface tension in proportion to the mixing ratio thereof. Nevertheless, the surface tension is lowered beyond the expectation, permitting improvement of penetrability and enhancement of the deterging power.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 07.07.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 25.12.2001

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] (a) The solvent constituent for washing characterized by coming to carry out 0.3–10.0 weight section mixing of the (b) fluorine system solvent to the normal propyl star's picture 100 weight section.

[Claim 2] (a) It is an acrylic-acid polyoxy-alkylene-glycol monoester acrylic acid as a (b) fluorochemical surfactant to the normal propyl star's picture 100 weight section. – Solvent constituent for washing characterized by coming to carry out 0.05–5.0 weight section mixing of the N-perfluoro-octyl sulfonyl-N-alkyl aminoethyl copolymerization object.

[Claim 3] (a) It is an acrylic-acid polyoxy-alkylene-glycol monoester acrylic acid to the normal propyl star's picture 100 weight section considering (b) fluorine system solvent as the 0.3 – 10.0 weight section and a (c) fluorochemical surfactant. – Solvent constituent for washing characterized by coming to carry out 0.05–5.0 weight section mixing of the N-perfluoro-octyl sulfonyl-N-alkyl aminoethyl copolymerization object.

[Translation done.]

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. *** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001] [Field of the Invention] This invention relates to the solvent constituent for washing excellent in the permeability which also permeates the small path clearance and few clearances especially between washed objects, and can be washed to details about the solvent constituent for washing which uses a normal propyl star's picture as a principal component.

[0002] [Description of the Prior Art] Conventionally, as various solvents for washing, the thing of chlorofluorocarbon or a chlorine system was used abundantly. The use has come [however, / by environmental problems, such as destruction of an ozone layer in recent years, / these solvents for washing] to be restricted.

[0003] It is a normal propyl star's picture (alias name: n - bromination propyl, 1-bromopropane.) as a new solvent for washing which replaces these chlorofluorocarbon and a chlorine-based solvent from such a situation. the following -- only -- NPB -- saying -- [JP 6-220494.A as which the solvent constituent for washing used as the principal component is proposed, JP.7-150196.A, and refer to JP.7-150197.A. Since there is no flash point and it has the nonflammable or fire retardancy property while KB value is comparatively as high as about 125 and excelling in cleaning washing, a normal propyl star's picture does not correspond to the dangerous substance, but it is safe and it is easy to deal with it. And from containing a fluorine system solvent or no chlorine-based solvent, the current spotlight is captured noting that it is environment-friendly.

[0004] [Problem(s) to be Solved by the Invention] However, there were the following troubles in this solvent for washing. That is, the surface tension of NPB which is a principal component is to some extent large at NPB compared with about 25.8 (dyn/cm) and the surface tension 14.0-18.0 (dyn/cm) of a fluorine system solvent. For this reason, when small path clearance, a very detailed clearance, etc. were in the washed object, in response to resistance, it did not permeate smoothly even in these inner parts easily by capillarity, but was inferior in respect of permeability compared with the solvent for washing which used the conventional fluorine system solvent as the principal component.

[0005] This invention was made in view of such a situation, and the purpose permeates even an inner smoothly also to the washed object which has the small part and the very detailed clearance between path clearance in a washed object, and is to offer the solvent constituent for washing excellent in the permeability which can fully be washed to the details of a washed object.

[0006] [Means for Solving the Problem] If it is in the 1st solvent constituent for washing concerning this invention in order to attain such a purpose, it is characterized by coming to carry out 0.3-10.0 weight section mixing of the (b) fluorine system solvent to the (a) normal propyl star's picture 100 weight section.

[0007] A fluorine system solvent is a solvent used abundantly as a principal component of the

solvent for industrial use washing till recently as mentioned above. Although the KB value is generally as low as 40 or less and it is rather inferior to cleaning capacity, it is especially applied suitable for washing of details, such as plastic parts including a plastic plate, or rubber components, from generally, there being little effect on plastics or rubber, while the surface tension is very as small as 12.0-18.0 (dyn/cm). The rate which a fluorine system solvent contains here was 30 % of the weight - 40% of the weight or more of the whole solvent, and was not a rate of several% of the weight of order.

[0008] this invention person considered whether it would be reduced by the surface tension of the solvent for washing which used NPB as the principal component using this fluorine system solvent paying attention to the property in which the surface tension of a fluorine system solvent is small. Then, when the fluorine system solvent was mixed to the solvent for washing concerned, in steamy washing, the effectiveness which exceeds prediction you to be Haruka was acquired. That is, in steamy washing, azeotropy of the fluorine system solvent is carried out to NPB, and it carries out evaporation evaporation with NPB. For this reason, in a steam, the rate of a fluorine system solvent increases by leaps and bounds, and, only in a part for the rate of a fluorine system solvent to NPB to have increased, the whole surface tension declines [be / it / under / mixed liquor / comparing]. Thus, the permeability of the solvent constituent for washing which consists of NPB improves, it enters a small part, few clearances, etc. of path clearance between washed objects, and can also fully wash these inner parts because surface tension declines.

[0009] Moreover, it is in the 2nd solvent constituent for washing concerning this invention, it is an acrylic-acid polyoxy-alkylene-glycol monoester acrylic acid as a (b) fluorochemical surfactant to the (a) normal propyl star's picture 100 weight section. - It is characterized by coming to carry out 0.05-5.0 weight section mixing of the N-perfluoro-octyl sulfonyl-N-alkyl aminoethyl copolymerization object.

[0010] Acrylic-acid polyoxy-alkylene-glycol monoester acrylic acid - this invention person does learning of the experiment in piles wholeheartedly out of many fluorochemical surfactants noting that an N-perfluoro-octyl sulfonyl-N-alkyl aminoethyl copolymerization object (only henceforth ANPNA) has the surface tension reduction effectiveness, when NPB is mixed to the solvent for washing used as a principal component. In steamy washing, azeotropy of this fluorochemical surfactant is not carried out in NPB like the fluorine system solvent mentioned above, but the surface tension reduction effectiveness shows up very only, in the mixed liquor of a certain thing, rather than a fluorine system solvent, surface tension becomes low whether you are Haruka, and the improvement effectiveness in the washing engine performance is mainly demonstrated in washing among liquid.

[0011] Moreover, if it is in the 3rd solvent for washing concerning this invention, it is an acrylic-acid polyoxy-alkylene-glycol monoester acrylic acid to the (a) normal propyl star's picture 100 weight section considering (b) fluorine system solvent as the 0.3 - 10.0 weight section and a (c) fluorochemical surfactant. - It is characterized by coming to carry out 0.05-5.0 weight section mixing of the N-perfluoro-octyl sulfonyl-N-alkyl aminoethyl copolymerization object.

[0012] Both good fields can be adopted by containing the both sides of a fluorine system solvent and a fluorochemical surfactant. That is, in this solvent constituent for washing, both the outstanding field in steamy washing of a fluorine system solvent and the outstanding field in washing of a fluorochemical surfactant among liquid are combined, and the permeability excellent also in washing among liquid or steamy washing is demonstrated. And since it is hard to distribute to NPB, it is necessary to mix a fluorochemical surfactant by mechanical approaches, such as churning. There is a possibility of air bubbles being generated at this time and having a bad influence on a washed object. If the fluorine system solvent is mixed here, a fluorine system solvent can function as a defoaming agent which controls generating of air bubbles, and the bad influence to a washed object can be avoided.

[0013]

[Embodiment of the Invention] The gist of operation of the solvent constituent for washing concerning this invention is explained below. When the solvent constituent for washing concerning this invention is arranged, it has the following three types.

[0014] [Type 1]

(a) The solvent constituent for washing which comes to carry out 0.3-10.0 weight section mixing of the (b) fluorine system solvent to the normal propyl star's picture 100 weight section. [Type 2]

(a) It is an acrylic-acid polyoxy-alkylene-glycol monoester acrylic acid as a (b) fluorochemical surfactant to the normal propyl star's picture 100 weight section. - Solvent constituent for washing which comes to carry out 0.05-5.0 weight section mixing of the N-perfluoro-octyl sulfonyl-N-alkyl aminoethyl copolymerization object. [Type 3]

(a) It is an acrylic-acid polyoxy-alkylene-glycol monoester acrylic acid to the normal propyl star's picture 100 weight section considering (b) fluorine system solvent as the 0.3 - 10.0 weight section and a (c) fluorochemical surfactant. - Solvent constituent for washing which comes to carry out 0.05-5.0 weight section mixing of the N-perfluoro-octyl sulfonyl-N-alkyl aminoethyl copolymerization object (ANPNA).

[0015] About these solvent constituents for washing, since it is easy to carry out the metal reaction of the NPB with aluminum or its alloy, in order to prevent this reaction, at least one sort of matter chosen from the group of nitroalkanes, ether, epoxide, and amines is added as a stabilizer. Moreover, in the solvent for this washing, in order to control the odor of NPB, it may be added including perfume, such as d-limonene.

[0016] Moreover, having set up the amount of mixing of a fluorine system solvent with the 0.3 - 10.0 weight section to the NPB100 weight section is based on the following reason. That is, from the first, KB value is low and, as for a fluorine system solvent, the washing engine performance which KB value of the whole solvent fell and was carrying out predetermined at the beginning after mixing this in large quantities is not obtained. And even if there are too many amounts of mixing of a solvent, the effectiveness corresponding to the amount of mixing is not acquired, and it is almost meaningless. Moreover, it is more desirable to cut down the amount used if possible by the economical reason from ozone modulus of rupture and a warming multiplier being small, and a satisfactory usable fluorine system solvent being expensive on an environment. That is, as there are few amounts of mixing of a fluorine system solvent, they are better.

[0017] As a fluorine system solvent used here, azeotropy is carried out to NPB. Specifically, there is the following.

(1) C5H2F10, (2) C4H9OCH3, (3) C4H9OC2H5, (4) (CF3)2NCH2CF2H, (5) (CF3)2NCH2CF3, (6) (CF3)2NCH2CH3, (7) (CF3)2NC3H7, (8) CH3CCl2F, (9) CH3CF2HCl2, (10) CF3CF2CH2OH, (11) CF3CH2OH, (12) perfluoro butyl methyl ether [C4F9OCH3] (13) CH3F5Cl2. It is desirable to use the following [18.0 (dyn/cm) with especially surface tension small enough] from this inside. Moreover, what has small ozone modulus of rupture and a small warming multiplier is desirable. Moreover, what also has few toxicity is desirable. Moreover, in order to carry out azeotropy to NPB, what is lower than about 70 degrees C of boiling points of NPB, i.e., the thing whose boiling point is 40-70 degrees C, and a thing 65 degrees C or less are desirable.

[0018] When these conditions are taken into consideration, the most desirable one is with (2) C4H9OCH3, (3) C4H9OC2H5, and (12) perfluoro butyl methyl ether [C4F9OCH3]. Next, (9) CH3CF2HCl2 and (13) C3HF5Cl2 are desirable at (1) C5H2F10, (8) CH3CCl2F, and it. (2) C4H9OCH3's3 are surface tension 13.6 (dyn/cm), 60 degrees C of boiling points, the ozone modulus of rupture 0, and the warming multiplier 500. Moreover, (3) C4H9OC2H5 are surface tension 13.6 (dyn/cm), 78 degrees C of boiling points, the ozone modulus of rupture 0, and the warming multiplier 100. Moreover, (12) perfluoro butyl methyl ether [C4F9OCH3] is surface tension 13.6 (dyn/cm) and 60 degrees C of boiling points. Moreover, (1) C5H2F10 are surface tension 14.1 (dyn/cm), 55 degrees C of boiling points, the ozone modulus of rupture 0, and the warming multiplier 1300.

[0019] Having set up the amount of mixing of ANPNA with the 0.05 - 5.0 weight section to the NPB100 weight section is based on the following reason. That is, it is because the not much big surface tension reduction effectiveness is not acquired as compared with the amount of mixing and improvement in not much big permeability cannot be expected like the case of a fluorine system solvent that degradation of the engine performance in which the solvent for washing is free is caused, and a result is shown by the trial mentioned later while it is not desirable even if

it mixes too much in large quantities. Moreover, since it is hard to distribute to NPB, as for ANPNA, it is desirable to set up few so that it may be easy to distribute about the amount of mixing as possible. However, it is not this limitation when a fluorine system solvent is mixed as a defoaming agent with a fluorochemical surfactant.

[0020] In addition, when mixing both a fluorine system solvent and a fluorochemical surfactant to NPB, it is desirable to set up the amount of mixing of a fluorine system solvent according to the amount of mixing of a fluorochemical surfactant so that generating of the air bubbles by mixing of a fluorochemical surfactant can be prevented enough.

[0021] In addition, in the range which does not affect the washing engine performance of the solvent for this washing, for example, extent which does not cause the sharp fall of KB value, if it is in the solvent constituent for this washing, the organic solvent and other matter other than this besides a normal propyl star's picture, a fluorine system solvent, and a fluorochemical surfactant may be mixed thru/or added.

[0022] = Measurement of = surface tension = the trial investigated about the surface tension of each solvent for washing concerning mixed>> this invention of a =<<fluorine system solvent was performed. The trial which investigates the surface tension of the partially aromatic solvent when mixing a fluorine system solvent to NPB first was performed, this trial -- as a fluorine system solvent -- #2 and 3-dihydro deca FUROROBENTAN (C3H2F10) [surface-tension:14.1 (dyn/cm)], and #2 perfluoro butyl methyl ether (C4F9OCH3) [surface-tension:13.6 (dyn/cm)] and : product name by # Asahi Glass Co., Ltd. -- "AK225 [surface-tension:16.0 (dyn/cm)]" (C3HF5Cl2) was used, a fluorine system solvent -- the NPB100 weight section -- receiving -- respectively -- every [the 10.0 weight sections / the 0.1 weight section, the 0.3 weight sections, the 0.3 weight sections, the 0.8 weight sections, the 1.0 weight sections, the 2.0 weight sections, the 3.0 weight sections, the 5.0 weight sections, and] -- the surface tension (surface tension of a vapor phase) when evaporating the surface tension of mixed liquor and this which were mixed, respectively and were obtained was measured, respectively. Here, it

investigated about the steam of each mixed liquor obtained about the surface tension of a vapor phase using the very standard steamy washing station used for general steamy washing, for example, washing of metal components, electronic parts, etc., as shown in drawing 1. This steamy washing station consists of a penetrant remover layer in which each mixed liquor is stored, and a steamy layer in which it is prepared up by this and a washed object is usually laid. The volume of the steamy layer to a penetrant remover layer is about 2 times. There is capacity to hold the steam for about 2kg of each mixed liquor in a steamy layer. The steam which stored 100kg of each mixed liquor in this penetrant remover layer, heated this to the azeotropic temperature of NPB and a fluorine system solvent at the heater, and was obtained in the steamy layer was distilled and measured. In addition, if attached to the surface tension of mixed liquor and a vapor phase, it measured by the WIRUHERUMI method (**** type). Next Table 1 - 3 summarizes the measurement result of the surface tension of each mixed liquor.

[0023]

[Table 1]

NPBに対するフルオロ系溶剤の混合量と表面張力の関係

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
NPB(重量部)	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
フルオロ系溶剤(重量部)	0	0.1	0.3	0.5	0.8	1.0	2.0	3.0	5.0	10.0
混合液の表面張力(dyn/cm)	25.8	25.8	25.7	25.6	25.5	25.5	25.3	26.2	24.9	24.0
混合液の表面張力(dyn/cm)	25.8	22.2	21.1	19.9	19.0	18.6	18.3	18.3	18.3	18.3

フルオロ系溶剤: 2, 3-ジハイドロデカフロロベンタン(C₁₀H₂F₁₀)

[0024]

[Table 2]

NPBに対するフッ素系溶剤の混合量と表面張力の関係

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
NPB(重量部)	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
フッ素系溶剤(重量部)	0	0.1	0.3	0.5	0.8	1.0	2.0	3.0	5.0	10.0
混合液の表面張力(dyn/cm)	25.8	25.8	25.7	25.6	25.5	25.4	25.2	25.1	24.8	23.9
混合液の表面張力(dyn/cm)	25.8	22.1	20.0	19.7	18.8	18.0	16.2	16.2	16.2	16.2

フッ素系溶剤:1-フルオロブチルエーテル(C₄F₉OH)

[0025]

[Table 3]

NPBに対するフッ素系溶剤の混合量と表面張力の関係

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
NPB(重量部)	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
フッ素系溶剤(重量部)	0	0.1	0.3	0.5	0.8	1.0	2.0	3.0	5.0	10.0
混合液の表面張力(dyn/cm)	25.8	25.8	25.6	25.7	25.7	25.6	25.5	25.3	25.1	24.9
混合液の表面張力(dyn/cm)	25.8	22.9	21.9	20.9	20.2	19.9	19.6	19.6	19.6	19.6


フッ素系溶剤:AA225(国研社製)

[0026] When a fluorine system solvent is mixed from this result to NPB, even if that amount of mixing is very few, it turns out that the surface tension of a vapor phase declines sharply. A fluorine system solvent carries out azeotropy to NPB, and steam-izes, and surface tension declines sharply. It was checked that the permeability of the solvent for washing itself can be raised by mixing a fluorine system solvent to NPB by this.

[0027] Mixed>> of <<fluorochemical surfactant Next, it is an acrylic-acid polyoxy-alkylene-glycol monoester acrylic acid to NPB. - The trial which measures the surface tension of the case where an N-perfluoro-octyl sulfonyl-N-alkyl aminoethyl copolymerization object (ANPNA) is mixed, and the case where other fluorine system solvents are mixed was performed. Here, each fluorochemical surfactant was mixed the 0.1 weight section every to the NPB100 weight section. lessons was taken from the mixed liquor, and surface tension was measured, respectively. In addition, surface tension was measured by the WIRUHERUMI method (**** type). The next table 4 indicates by comparison the class and surface tension of a fluorochemical surfactant which were used by this trial.

[0028]

[Table 4]

フッ素系界面活性剤	表面張力 (dyn/cm)
(1) RfSO ₂ NH ₄	22.7
(2) RfSO ₂ Li	22.5
(3) RfSO ₂ NCH ₂ COOK	23.2
(4) RfSO ₂ NC ₂ H ₄ OH	22.8
(5) RfSO ₂ N(C ₂ H ₄ O) ₂ H	22.6
(6) RfSO ₂ N(C ₂ H ₄ O) ₃ H	22.6
(7) RfCOONH ₄	23.6
(8) (RfSO ₂ NC ₂ H ₄ O) ₂ PO(OH)	22.8
(9) RfSO ₂ NC ₂ H ₄ OH 	21.9
(10) アクリル酸ポリオキシアルキレングリ モノエステルモノアミン系化合物 フルオロオクタフルスルホニル-N- アルキルアルミニウム系化合物	19.5
(11) アクリル酸ポリオキシアルキレングリ モノエステルモノアミン系化合物 フルオロオクタフルスルホニル-N- アルキルアルミニウム系化合物	18.1

(R=アルキル基
(Rf=パーフルオロアルキル基))

[0029] From this test result to an acrylic-acid polyoxy-alkylene-glycol monoester acrylic acid - it turns out that surface tension declines notably compared with the case where only the case where an N-perfluoro-octyl sulfonyl-N-alkyl aminoethyl copolymerization object (ANPNA) is added to NPB adds other fluorochemical surfactants.

[0030] Next, the trial which investigates the relation between the amount of mixing of this fluorochemical surfactant and surface tension was performed. In this trial, surface tension was investigated for ANPNA to the NPB100 weight section about the 0.01 weight section, the 0.05 weight sections, the 0.1 weight sections, the 0.3 weight sections, the 0.5 weight sections, the 1.0 weight sections, and the mixed liquor at the time of mixing the 5.0 weight sections every, respectively. The next table 5 summarizes the measurement result, surface tension -- said trial -- the same -- WIRUHERUMI -- it measured by law (**** type).

[0031]

[Table 5]

NPBに対するフッ素系界面活性剤の混合量と表面張力の関係

	A	B	C	D	E	F	G	H
NPB(重量部)	100	100	100	100	100	100	100	100
フッ素系界面活性剤(重量部)	0	0.01	0.05	0.1	0.3	0.5	1.0	5.0
混合液の表面張力(dyn/cm)	25.8	24.9	20.2	19.1	17.7	17.7	17.7	17.7

フッ素系界面活性剤:アクリル酸ポリオキシアルキレングリモノエステルモノアミン系化合物
フルオロオクタフルスルホニル-N-アルキルアルミニウム系化合物

[0032] If a fluorochemical surfactant is mixed from this test result to NPB, it turns out also in

フッ素系溶剤 : パーフルオロアルキルエーチル(C₆F₁₃OH₂)

NPB (電置部)	フッ素系溶剤 (重量部)	フッ素系 界面活性剤 (重量部)	表面張力 (混合液) [dyn/cm]	表面張力 (純溶剤) [dyn/cm]	洗淨性
A	100	0	25.8	25.8	x
B	100	0.1	25.8	22.1	x
C	100	0.3	25.7	20.9	x
D	100	0.5	25.6	19.7	o
E	100	0.8	25.5	18.6	o
F	100	1.0	25.4	18.5	o
G	100	2.0	25.2	18.2	o
H	100	3.0	25.1	18.2	o
I	100	5.0	24.8	18.2	o
J	100	10.0	23.9	18.2	o
K	100	0.1	18.1	22.1	o
L	100	0.3	18.1	20.9	o
M	100	0.5	18.0	18.7	o
N	100	0.8	17.9	18.6	o
O	100	1.0	17.9	18.5	o
P	100	2.0	17.7	18.2	o
Q	100	3.0	17.7	18.2	o
R	100	5.0	17.5	18.2	o
S	100	10.0	17.4	18.2	o

O:良好 x:洗淨効果少

[0041]

[Table 11]

フッ素系溶剤 : AK225(旭硝子社製)

NPB (電置部)	フッ素系溶剤 (重量部)	フッ素系 界面活性剤 (重量部)	表面張力 (混合液) [dyn/cm]	表面張力 (純溶剤) [dyn/cm]	洗淨性
A	100	0	25.8	25.8	x
B	100	0.1	25.8	22.9	x
C	100	0.3	25.8	21.9	x
D	100	0.5	25.7	20.8	o
E	100	0.8	25.7	20.2	o
F	100	1.0	25.6	19.8	o
G	100	2.0	25.5	19.6	o
H	100	3.0	25.3	19.6	o
I	100	5.0	25.1	19.6	o
J	100	10.0	24.8	19.5	o
K	100	0.1	18.1	22.2	o
L	100	0.3	18.1	21.9	o
M	100	0.5	18.1	20.9	o
N	100	0.8	18.0	20.2	o
O	100	1.0	18.0	19.9	o
P	100	2.0	17.9	19.6	o
Q	100	3.0	17.8	19.6	o
R	100	5.0	17.7	19.6	o
S	100	10.0	17.6	19.6	o

O:良好 x:洗淨効果少

[0042] This test result showed that both the surface tension of mixed liquor and the surface tension of a vapor phase could be reduced, when both the fluorine system solvent and the fluorochemical surfactant were mixed. That is, it can respond to both washing among liquid, and steamy washing.

[0043]

[Effect of the Invention] If a fluorine solvent is mixed to a normal propyl star's picture according to the solvent constituent for starting this invention washing, even if the amount of mixing is a minute amount very much, surface tension can be reduced greatly. Especially in steamy washing, in order that a normal propyl star's picture and a fluorine system solvent may carry out azeotropy, the rate of a fluorine system solvent increases to a normal propyl star's picture, and penetrating power rises sharply. Consequently, even if path clearance and very detailed clearance details are in a washed object, even these inners can be made to permeate, and very good washing can be performed over details. And since the amount of mixing of a fluorine system solvent can be managed with very few amounts, even if KB value is low and detergency mixes the fluorine system solvent which is inferior a little, it is so much uninfluent, and the former and washing which is not inferiority can be performed.

[0044] Moreover, if a fluorochemical surfactant is mixed to a normal propyl star's picture

according to the 2nd solvent constituent for washing concerning this invention, even if the amount of mixing is a minute amount very much, surface tension can be reduced greatly. By this, permeability can increase, it can spread even over details like the above-mentioned, in washing among liquid, and very good washing can be performed.

[0045] Moreover, according to the 3rd solvent constituent for washing concerning this invention, it can be made the solvent for washing which has the field which excelled [mix / both a fluorine system solvent and a fluorochemical surfactant] in both the fluorine system solvent and the fluorochemical surfactant to a normal propyl star's picture. That is, the detergency which was excellent in the both sides of washing among liquid and steamy washing is demonstrated. It can prevent a fluorine system solvent functioning as a defoaming agent, controlling generating of the air bubbles by mixing of a fluorochemical surfactant, and doing a bad influence to a washed object by a fluorine system solvent being especially mixed with a fluorochemical surfactant.

[Translation done.]

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.*** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DESCRIPTION OF DRAWINGS

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] It is an explanatory view explaining the steamy washing station used by the detergency test which followed the solvent constituent for washing concerning this invention.

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-234193

(P2001-234193A)

(43) 公開日 平成13年8月28日 (2001.8.28)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テームト* (参考)
C 1 1 D	7/50	C 1 1 D	7/50
	1/48		1/48
	1/60		1/60
	3/24		3/24
	3/43		3/43
審査請求 有 請求項の数 3 O L (全 10 頁) 最終頁に続く			

(21) 出願番号 特願2000-206519(P2000-206519)

(22) 出願日 平成12年7月7日 (2000.7.7)

(31) 優先権主張番号 特願平11-356247

(32) 優先日 平成11年12月15日 (1999.12.15)

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 597115750

株式会社力ネコ化学

埼玉県越谷市千間台西5丁目26-33

(72) 発明者 金子 旻又

埼玉県越谷市千間台西5丁目26番地33号

株式会社力ネコ化学内

(74) 代理人 100071283

弁理士 一色 健輔 (外3名)

Fターム (参考) 4H003 AA02 BA12 DA14 DA15 DA16

EB28 ED26 ED27 FA03 FA46

(54) 【発明の名称】 洗浄用溶剤組成物

(57) 【要約】

【課題】 被洗浄物にある極めて微小な隙間部にまで奥深く浸透し、十分洗浄し得る浸透性に優れた洗浄用溶剤組成物の提供。

【解決手段】 主成分であるノルマルプロピルブロマイド (N P B) 100重量部に対して、沸点が40~70℃のフッ素系溶剤を0.3~5.0重量部および/またはフッ素系界面活性剤を0.05~5.0重量部混合する。もともと表面張力の小さいこれらの溶剤を混合すれば、その混合量に応じて割合で表面張力が低下するものと予想されるが、その予想の範囲を越えて表面張力が低下する。これにより、浸透性が向上し、洗浄力が増す。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 (a) ノルマルプロピルブロマイド 100 重量部に対し、(b) フッ素系溶剤を 0.3～10.0 重量部混合してなることを特徴とする洗浄用溶剤組成物。

【請求項 2】 (a) ノルマルプロピルブロマイド 100 重量部に対し、(b) フッ素系界面活性剤としてアクリル酸ポリオキシアルキレングリコールモノエステルアクリル酸-N-ペルフルオロオクチルスルホニル-N-アルキルアミノエチル共重合物を 0.05～5.0 重量部混合してなることを特徴とする洗浄用溶剤組成物。

【請求項 3】 (a) ノルマルプロピルブロマイド 100 重量部に対し、(b) フッ素系溶剤を 0.3～10.0 重量部、(c) フッ素系界面活性剤としてアクリル酸ポリオキシアルキレングリコールモノエステルアクリル酸-N-ペルフルオロオクチルスルホニル-N-アルキルアミノエチル共重合物を 0.05～5.0 重量部混合してなることを特徴とする洗浄用溶剤組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、ノルマルプロピルブロマイドを主成分とする洗浄用溶剤組成物に関し、特に被洗浄物の小さなクリアランスやわずかな隙間にも浸透して細部まで洗浄することができる浸透性に優れた洗浄用溶剤組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】 従来、各種洗浄用溶剤としては、フロンや塩素系のものが多用されていた。しかし、近年のオゾン層の破壊などの環境問題により、これらの洗浄用溶剤はその使用が制限されるに至っている。

【0003】 このような状況から、これらフロンや塩素系溶剤に代わる新しい洗浄用溶剤として、ノルマルプロピルブロマイド（別名：n-臭化プロピル、1-プロモプロパン。以下単に NP B ともいう）を主成分とした洗浄用溶剤組成物が提案されている〔特開平 6-220494 号、特開平 7-150196 号、特開平 7-150197 号参照〕。ノルマルプロピルブロマイドは、KB 値が約 125 と比較的高く、脱脂洗浄に優れているとともに、引火点がなく不燃または難燃な性質を有しているため、危険物に該当せず、安全で取り扱い易い。しかも、フッ素系溶剤または塩素系溶剤を一切含有しないことから、環境に優しいとして現在注目を浴びている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、この洗浄用溶剤には次のような問題点があった。すなわち、主成分である NP B は、その表面張力が NP B で約 25.8 (dyn/cm) と、フッ素系溶剤の表面張力 14.0～18.0 (dyn/cm) と比べるとある程度大きい。このため、被洗浄物に小さなクリアランスやきわめて微細な隙間等があると、毛細管現象により抵抗を受けてなかな

かこれらの奥部にまでスムーズに浸透せず、従来のフッ素系溶剤を主成分とした洗浄用溶剤に比べて浸透性の面で劣っていた。

【0005】 本発明は、このような事情に鑑みてなされたもので、その目的は、被洗浄物にクリアランスの小さい部分やきわめて微細な隙間がある被洗浄物に対しても奥部にまでスムーズに浸透し、被洗浄物の細部まで十分に洗浄し得るような浸透性に優れた洗浄用溶剤組成物を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】 このような目的を達成するために本発明にかかる第 1 の洗浄用溶剤組成物にあっては、(a) ノルマルプロピルブロマイド 100 重量部に対して、(b) フッ素系溶剤を 0.3～10.0 重量部混合してなることを特徴とする。

【0007】 フッ素系溶剤は、前述したように最近まで工業用洗浄用溶剤の主成分として多用されてきた溶剤である。その KB 値は全般的に 40 以下と低く、脱脂能力にはいささか劣るものの、その表面張力は一般に 12.

0～18.0 (dyn/cm) と非常に小さいとともに、プラスチックやゴムへの影響が少ないことから、特にプラスチック基板をはじめとするプラスチック部品またはゴム部品等の細部の洗浄に好適に適用されている。ここでフッ素系溶剤が含有する割合は、溶剤全体の 30 重量%～40 重量%以上であり、数重量%のオーダーの割合ではなかった。

【0008】 本発明者は、フッ素系溶剤の表面張力が小さいという性質に着目し、このフッ素系溶剤を使って、NP B を主成分とした洗浄用溶剤の表面張力を低下させられないかと考えた。そこで、当該洗浄用溶剤にフッ素系溶剤を混合したところ、蒸気洗浄においては、予測を遙かに上回る効果が得られたのである。つまり、蒸気洗浄においては、フッ素系溶剤は NP B と共沸して NP B と蒸発気化する。このため、混合液中に比べて蒸気中ではフッ素系溶剤の割合が飛躍的に高まり、NP B に対するフッ素系溶剤の割合が増加した分だけ、全体の表面張力が低下するのである。このように表面張力が低下することで、NP B からなる洗浄用溶剤組成物は、その浸透性が向上し、被洗浄物のクリアランスの小さい部分やわずかな隙間等にも入り込んで、これらの奥部をも十分に洗浄することができる。

【0009】 また、本発明にかかる第 2 の洗浄用溶剤組成物にあっては、(a) ノルマルプロピルブロマイド 100 重量部に対し、(b) フッ素系界面活性剤としてアクリル酸ポリオキシアルキレングリコールモノエステルアクリル酸-N-ペルフルオロオクチルスルホニル-N-アルキルアミノエチル共重合物を 0.05～5.0 重量部混合してなることを特徴とする。

【0010】 アクリル酸ポリオキシアルキレングリコールモノエステルアクリル酸-N-ペルフルオロオクチル

スルホニル-N-アルキルアミノエチル共重合体（以下、単にANPNAという）は、NPBを主成分とする洗浄用溶剤に混合したときに表面張力低減効果があるとして、多くのフッ素系界面活性剤の中から本発明者が鋭意実験を重ねて知得したものである。このフッ素系界面活性剤は、蒸気洗浄においては、前述したフッ素系溶剤のようにNPBとは共沸せず、表面張力低減効果はごくわずかであるものの、混合液中ではフッ素系溶剤よりも遙かに表面張力が低くなり、主に液中洗浄において洗浄性能向上効果を発揮する。

【0011】また、本発明にかかる第3の洗浄用溶剤にあっては、(a)ノルマルプロピルブロマイド100重量部に対し、(b)フッ素系溶剤を0.3~10.0重量部、(c)フッ素系界面活性剤としてアクリル酸ポリオキシアルキレングリコールモノエステルアクリル酸-N-ペルフルオロオクチルスルホニル-N-アルキルアミノエチル共重合体を0.05~5.0重量部混合してなることを特徴とする。

【0012】フッ素系溶剤およびフッ素系界面活性剤の双方を含有することで、両方の良い面を取り入れることができる。すなわち、この洗浄用溶剤組成物においては、フッ素系溶剤の蒸気洗浄における優れた面と、フッ素系界面活性剤の液中洗浄における優れた面との両方を兼ね備え、液中洗浄でも蒸気洗浄でも優れた浸透性を発揮する。しかも、フッ素系界面活性剤はNPBに分散しにくいことから、攪拌などの機械的な方法により混ぜ合わせる必要がある。このときに気泡が発生して被洗浄物に悪影響を及ぼす虞がある。ここでフッ素系溶剤が混合されていると、フッ素系溶剤が気泡の発生を抑制する消泡剤として機能し、被洗浄物への悪影響を回避することができる。

【0013】

【発明の実施の形態】以下に本発明にかかる洗浄用溶剤組成物の実施の形態について説明する。本発明にかかる洗浄用溶剤組成物は、整理すると次の3つのタイプがある。

【0014】[タイプ1]

(a)ノルマルプロピルブロマイド100重量部に対し、(b)フッ素系溶剤を0.3~10.0重量部混合してなる洗浄用溶剤組成物。

[タイプ2]

(a)ノルマルプロピルブロマイド100重量部に対し、(b)フッ素系界面活性剤としてアクリル酸ポリオキシアルキレングリコールモノエステルアクリル酸-N-ペルフルオロオクチルスルホニル-N-アルキルアミノエチル共重合体を0.05~5.0重量部混合してなる洗浄用溶剤組成物。

[タイプ3]

(a)ノルマルプロピルブロマイド100重量部に対し、(b)フッ素系溶剤を0.3~10.0重量部、

(c)フッ素系界面活性剤としてアクリル酸ポリオキシアルキレングリコールモノエステルアクリル酸-N-ペルフルオロオクチルスルホニル-N-アルキルアミノエチル共重合体(ANPNA)を0.05~5.0重量部混合してなる洗浄用溶剤組成物。

【0015】これらの洗浄用溶剤組成物については、NPBがアルミニウムまたはその合金等と金属反応し易いことから、この反応を防止するためにニトロアルカン類、エーテル類、エポキシド類およびアミン類の群から選ばれる少なくとも1種の物質が安定剤として添加される。また、本洗浄用溶剤においては、NPBの臭気を抑制するために、d-リモネン等をはじめとする香料が添加されることがある。

【0016】また、フッ素系溶剤の混合量をNPB100重量部に対し0.3~10.0重量部と設定したのは次の理由による。つまり、フッ素系溶剤はもともとKB値が低く、これを大量に混入してしまうと、溶剤全体のKB値が低下してしまい、当初所定していた洗浄性能が得られない。しかも、溶剤の混合量が多すぎても、その混合量に見合った効果が得られず、あまり意味がない。また、オゾン破壊係数や温暖化係数の小さく環境上問題なく使用可能なフッ素系溶剤は高価であることから、経済的な理由でなるべく使用量は控えた方が好ましい。つまり、フッ素系溶剤の混合量は少なければ少ないほどよいのである。

【0017】ここで使用するフッ素系溶剤としてはNPBと共沸するものである。具体的には次のようなものがある。

(1) $C_5H_2F_{10}$ 、(2) $C_4H_9OCH_3$ 、(3) $C_4H_9OC_2H_5$ 、(4) $(CF_3)_2NCH_2CF_2H$ 、(5) $(CF_3)_2NCH_2CF_3$ 、(6) $(CF_3)_2NCH_2CH_3$ 、(7) $(CF_3)_2NC_3H_7$ 、(8) CH_3CCl_2F 、(9) $CH_3CF_2HCl_2$ 、(10) $CF_3CF_2CH_2OH$ 、(11) CF_3CH_2OH 、(12) パーフルオロブチルメチルエーテル[$C_4F_9OCH_3$]、(13) $C_3HF_5Cl_2$ 。この中から、特に表面張力が十分に小さい18.0(dyn/cm)以下のものを使用するのが好ましい。また、オゾン破壊係数や温暖化係数が小さいものが好ましい。また、毒性も少ないものが好ましい。また、NPBと共沸させるために、NPBの沸点約70℃よりも低いもの、即ち沸点が40~70℃のもの、特に65℃以下のものが好ましい。

【0018】これらの条件を考慮すると、もっとも好ましいのは(2) $C_4H_9OCH_3$ と(3) $C_4H_9OC_2H_5$ と(12) パーフルオロブチルメチルエーテル[$C_4F_9OCH_3$]とであり、次に好ましいのが、(1) $C_5H_2F_{10}$ と(8) CH_3CCl_2F 、それに(9) $CH_3CF_2HCl_2$ 、(13) $C_3HF_5Cl_2$ である。(2) $C_4H_9OCH_3$ は、表面張力13.6(dyn/cm)、沸点60℃、オゾン破壊係数0、温暖化係数500である。ま

た、(3) $C_4H_9OC_2H_5$ は、表面張力13.6 (dyn/cm)、沸点78℃、オゾン破壊係数0、温暖化係数100である。また(12)パーフルオロブチルメチルエーテル[$C_4F_9OCH_3$]は、表面張力13.6 (dyn/cm)、沸点60℃である。また、(1) $C_5H_2F_{10}$ は、表面張力14.1 (dyn/cm)、沸点55℃、オゾン破壊係数0、温暖化係数1300である。

【0019】ANPNAの混合量をNPB100重量部に対し、0.05～5.0重量部と設定したのは次の理由による。すなわち、フッ素系溶剤の場合と同様、大量に混入し過ぎても、洗浄用溶剤自在の性能の劣化を招き、好ましくないとともに、後述する試験で結果が示されるように、混合量に比してあまり大きな表面張力低減効果が得られず、あまり大きな浸透性の向上が期待できないからである。また、ANPNAは、NPBに分散しにくいことから、その混合量についてはなるべく分散し易いように少なく設定するのが好ましい。ただし、フッ素系界面活性剤とともにフッ素系溶剤が消泡剤として混入される場合にはこの限りではない。

【0020】なお、NPBに対して、フッ素系溶剤およびフッ素系界面活性剤の両方を混入する場合には、フッ素系界面活性剤の混入による気泡の発生を十分防止し得るようにフッ素系界面活性剤の混合量に応じてフッ素系溶剤の混合量を設定するのが好ましい。

【0021】この他、本洗浄用溶剤組成物にあっては、ノルマルプロピルブロマイド、フッ素系溶剤、フッ素系界面活性剤の他、これ以外の有機溶剤や他の物質が、本洗浄用溶剤の洗浄性能に影響を及ぼさない範囲、例えばKB値の大幅な低下を招かない程度において混入ないし添加されてもかまわない。

【0022】===表面張力の測定===

《フッ素系溶剤の混合》本発明にかかる各洗浄用溶剤のNPBに対するフッ素系溶剤の混合量と表面張力の関係

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	I
NPB(重量部)	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
フッ素系溶剤(重量部)	0	0.1	0.3	0.5	0.8	1.0	2.0	3.0	5.0	10.0
混合液の表面張力[dyn/cm]	25.8	25.8	25.7	25.6	25.5	25.5	25.3	25.2	24.9	24.0
蒸気相の表面張力[dyn/cm]	25.8	22.2	21.1	19.9	19.0	18.6	18.3	18.3	18.3	18.3

フッ素系溶剤: 2, 3-ジハイドロデカフロロペンタン($C_{10}H_2F_{10}$)

【0024】

NPBに対するフッ素系溶剤の混合量と表面張力の関係

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
IPB(重量部)	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
フッ素系溶剤(重量部)	0	0.1	0.3	0.5	0.8	1.0	2.0	3.0	5.0	10.0
混合液の表面張力[dyn/cm]	25.8	25.8	25.7	25.6	25.6	26.4	25.2	25.1	24.8	23.9
蒸気相の表面張力[dyn/cm]	25.8	22.1	20.9	19.7	18.8	18.5	18.2	18.2	18.2	18.2

フッ素系溶剤: パーフルオロブチルメチルエーテル($C_4F_9OCH_3$)

【0025】

表面張力について調べる試験を行った。まずはじめにNPBに対しフッ素系溶剤を混合したときの混合溶剤の表面張力を調べる試験を行った。この試験では、フッ素系溶剤として、①2, 3-ジハイドロデカフロロペンタン($C_{10}H_2F_{10}$) [表面張力: 14.1 (dyn/cm)]と、②パーフルオロブチルメチルエーテル($C_4F_9OCH_3$) [表面張力: 13.6 (dyn/cm)]と、③旭硝子社製: 製品名『AK225』($C_3HF_5Cl_2$) [表面張力: 16.0 (dyn/cm)]とを用いた。フッ素系溶剤をNPB100重量部に対し、それぞれ0.1重量部、0.3重量部、0.5重量部、0.8重量部、1.0重量部、2.0重量部、3.0重量部、5.0重量部、10.0重量部ずつそれぞれ混合して得られた混合液の表面張力とこれを蒸発させたときの表面張力(蒸気相の表面張力)とをそれぞれ測定した。ここで、蒸気相の表面張力については、図1に示すような一般的な蒸気洗浄、例えば金属部品や電子部品等の洗浄に使用されるごく標準的な蒸気洗浄装置を使って得られる各混合液の蒸気について調べた。この蒸気洗浄装置は、各混合液が貯留される洗浄液層と、これにより上方に設けられ通常、被洗浄物が載置される蒸気層とからなる。洗浄液層に対する蒸気層の体積は2倍くらいである。蒸気層には各混合液約2kg分の蒸気を収容する能力がある。各混合液100kgをこの洗浄液層に貯留し、これをヒーターでNPBとフッ素系溶剤の共沸温度まで加熱し、蒸気層で得られた蒸気を蒸留して測定した。なお、混合液および蒸気相の表面張力についてはウィルヘルミ法(吊板式)により測定した。次の表1～表3は、各混合液の表面張力の測定結果をまとめたものである。

【0023】

【表1】

【表2】

【表3】

NPBに対するフッ素系溶剤の混合量と表面張力の関係

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
IPB(重量部)	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
フッ素系溶剤(重量部)	0	0.1	0.3	0.5	0.8	1.0	2.0	3.0	5.0	10.0
混合液の表面張力[dyn/cm]	25.8	25.8	25.8	25.7	25.7	25.6	25.6	25.3	25.1	24.8
蒸気相の表面張力[dyn/cm]	25.8	22.9	21.9	20.9	20.2	19.9	19.6	19.6	19.6	19.6

フッ素系溶剤,AK225(旭硝子社製)

【0026】この結果から、NPBに対してフッ素系溶剤を混合すると、その混合量のごくわずかであっても、蒸気相の表面張力が大幅に低下することがわかる。フッ素系溶剤がNPBと共沸して蒸気化し、表面張力が大幅に低下するのである。これにより、NPBに対してフッ素系溶剤を混合することで、洗浄用溶剤自体の浸透性を向上させることができることが確認された。

【0027】《フッ素系界面活性剤の混合》次にNPBに対し、アクリル酸ポリオキシアルキレングリコールモノエステルアクリル酸-N-ペルフルオロオクチルスルホンル-N-アルキルアミノエチル共重合体(ANPNA)を混合した場合と、他のフッ素系溶剤を混合した場合との表面張力を比較する試験を行った。ここでは、NPB100重量部に対して各フッ素系界面活性剤を0.1重量部ずつ混合し、その混合液につきそれぞれ表面張力を測定した。なお、表面張力はウィルヘルミ法(吊板式)により測定した。次の表4は、この試験で使用したフッ素系界面活性剤の種類と表面張力とを対比して記載したものである。

【0028】

【表4】

フッ素系界面活性剤	表面張力 [dyn/cm]
(1) RfSO_3NH_4	22.7
(2) RfSO_3Li	22.5
(3) $\text{RfSO}_2\text{N}(\text{CH}_2\text{COOK})$	23.2
(4) $\text{RfSO}_2\text{N}(\text{C}_2\text{H}_4\text{OH})$	22.8
(5) $\text{RfSO}_2\text{N}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_{20}\text{H}$	22.6
(6) $\text{RfSO}_2\text{N}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_3\text{H}$	22.6
(7) RfCOONH_4	23.6
(8) $(\text{RfSO}_2\text{N}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_2\text{PO}(\text{OH}))$	22.8
(9) $\text{RfSO}_2\text{N}(\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_5)$	21.9
(10) アクリル酸ポリオキシアルキレングリコールモノエステルアクリル酸-N-ペルフルオロオクチルスルホンル-N-アルキルアミノエチル共重合体	19.5
(11) アクリル酸ポリオキシアルキレングリコールモノエステルアクリル酸-N-ペルフルオロオクチルスルホンル-N-アルキルアミノエチル共重合体	18.1

(R=アルキル基)
(Rf=パーフルオロアルキル基)

【0029】この試験結果から、アクリル酸ポリオキシアルキレングリコールモノエステルアクリル酸-N-ペルフルオロオクチルスルホンル-N-アルキルアミノエチル共重合体(ANPNA)をNPBに添加する場合だけが、他のフッ素系界面活性剤を添加する場合に比べて顕著に表面張力が低下することがわかる。

【0030】次にこのフッ素系界面活性剤の混合量と表面張力との関係を調べる試験を行った。この試験では、NPB100重量部に対し、ANPNAをそれぞれ0.01重量部、0.05重量部、0.1重量部、0.3重量部、0.5重量部、1.0重量部、5.0重量部ずつ混合した場合の混合液について表面張力を調べた。次の表5はその測定結果をまとめたものである。表面張力は、前記試験と同様、ウィルヘルミ法(吊板式)により測定した。

【0031】

【表5】

NPBに対するフッ素系界面活性剤の混合量と表面張力の関係

	A	B	C	D	E	F	G	H
NPB(重量部)	100	100	100	100	100	100	100	100
フッ素系界面活性剤(重量部)	0	0.01	0.05	0.1	0.3	0.5	1.0	5.0
混合液の表面張力[dyn/cm]	25.8	24.9	20.2	18.1	17.7	17.7	17.7	17.7

フッ素系界面活性剤: アクリル酸ポリオキシアルキレングリコールモノエステルアクリル酸-N-ペルフルオロ
オクチルスルホニル-N-アルキルアミノエチル共重合体

【0032】この試験結果から、NPBに対してフッ素系界面活性剤を混入すれば、ごくわずかな混合量でも、表面張力が大きく下回ることがわかる。すなわち、NPBにフッ素系界面剤を混合することで、浸透性の向上を図れるのである。

【0033】《フッ素系溶剤およびフッ素系界面活性剤の混合》次にNPBに対してフッ素系溶剤およびフッ素系界面活性剤の両方を混入した場合の各混合液の表面張力を調べる試験を行った。この試験では、NPBの混合量を100重量部、フッ素系界面活性剤の混合量を0.

1重量部と固定し、これに対しフッ素系溶剤の混合量を徐々に増やしていったときの各混合液の表面張力と蒸気相の表面張力とを調べた。以下の表6～表8はその試験結果をまとめたものである。なお、ここで、蒸気相の表面張力については、前記試験と同様に蒸気洗浄装置から得られた蒸気について測定した。また、混合液および蒸気相の表面張力は、前記試験と同様、ウィルヘルミ法(吊板式)により測定した。

【0034】

【表6】

NPBに対するフッ素系溶剤・フッ素系界面活性剤の混合量と表面張力の関係

	A	B	C	D	E	F	G	H	I
NPB(重量部)	100	100	100	100	100	100	100	100	100
フッ素系溶剤(重量部)	0.1	0.3	0.5	0.8	1.0	2.0	3.0	5.0	10.0
フッ素系界面活性剤(重量部)	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
混合液の表面張力[dyn/cm]	18.1	18.1	18.1	18.1	18.1	18.1	18.0	18.0	18.0
蒸気相の表面張力[dyn/cm]	22.2	21.1	19.9	19.0	18.6	18.3	18.3	18.3	18.3

フッ素系溶剤: 2,3-ジハイドロデカフロロペンタン

フッ素系界面活性剤: アクリル酸ポリオキシアルキレングリコールモノエステルアクリル酸-N-ペルフルオロ
オクチルスルホニル-N-アルキルアミノエチル共重合体

【0035】

【表7】

NPBに対するフッ素系溶剤・フッ素系界面活性剤の混合量と表面張力の関係

	A	B	C	D	E	F	G	H	I
NPB(重量部)	100	100	100	100	100	100	100	100	100
フッ素系溶剤(重量部)	0.1	0.3	0.5	0.8	1.0	2.0	3.0	5.0	10.0
フッ素系界面活性剤(重量部)	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
混合液の表面張力[dyn/cm]	18.1	18.1	18.0	17.9	17.9	17.8	17.7	17.5	17.4
蒸気相の表面張力[dyn/cm]	22.1	20.9	19.7	18.8	18.5	18.2	18.2	18.2	18.2

フッ素系溶剤: パーフルオロブチルメチルエーテル(C₄F₉OCH₃)

フッ素系界面活性剤: アクリル酸ポリオキシアルキレングリコールモノエステルアクリル酸-N-ペルフルオロ
オクチルスルホニル-N-アルキルアミノエチル共重合体

【0036】

40

【表8】

NPBに対するフッ素系溶剤・フッ素系界面活性剤の混合量と表面張力の関係

	A	B	C	D	E	F	G	H	I
NPB(重量部)	100	100	100	100	100	100	100	100	100
フッ素系溶剤(重量部)	0.1	0.3	0.5	0.8	1.0	2.0	3.0	6.0	10.0
フッ素系界面活性剤(重量部)	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
混合液の表面張力[dyn/cm]	18.1	18.1	18.1	18.0	18.0	17.9	17.8	17.7	17.6
蒸気相の表面張力[dyn/cm]	22.2	21.9	20.9	20.2	19.9	19.6	19.6	19.6	19.6

フッ素系溶剤: AK225(旭硝子社製)

フッ素系界面活性剤: アクリル酸ポリオキシアルキレングリコールモノエステルアクリル酸-N-ペルフルオロ
オクチルスルホニル-N-アルキルアミノエチル共重合体

【0037】これらの結果から、NPBに対し、フッ素系溶剤およびフッ素系界面活性剤の両方を混入すれば、混合液および蒸気相ともに表面張力が低下し、液中洗浄および蒸気洗浄の双方において同時に浸透性の向上を図ることができる。

【0038】===洗浄力試験===

次に前述した試験で使用した各混合液につき洗浄力を調べる試験を行った。この試験では、ガラス板(60mm×30mm×1mm)の表面にフェルトインキ(黒)を塗布して厚さ30μmほどのインキ膜を形成し、このインキ膜

クリップにより挟み込んで固定して試験体を作製した。この試験体を煮沸している各混合液の液中に浸し、そこで3分間液中洗浄を行った。その後、試験体を各混合液液中から取り出して、前述した蒸気洗浄装置内の蒸気層に載置し、各混合液を共沸温度まで加熱して3分間、蒸気洗浄を行った。その後、試験体を乾燥処理してから前記インキ膜の洗浄具合を調べた。次の表9～表11はそのときの洗浄具合を各混合液ごとにまとめたものである。

【0039】

【表9】

フッ素系溶剤 : 2,3-ジハイドロデカフロロペンタン

	NPB (重量部)	フッ素系溶剤 (重量部)	フッ素系 界面活性剤 (重量部)	表面張力 (混合液) [dyn/cm]	表面張力 (蒸気相) [dyn/cm]	洗浄性
A	100	0	—	25.8	25.8	×
B	100	0.1	—	25.8	22.2	×
C	100	0.3	—	25.7	21.1	○
D	100	0.5	—	25.6	19.9	○
E	100	0.8	—	25.5	19.0	○
F	100	1.0	—	25.5	18.6	○
G	100	2.0	—	25.3	18.3	○
H	100	3.0	—	25.2	18.3	○
I	100	5.0	—	24.9	18.3	○
J	100	10.0	—	24.0	18.3	○
K	100	—	0.01	24.9	—	×
L	100	—	0.05	20.2	—	○
M	100	—	0.1	18.1	—	○
N	100	—	0.3	17.7	—	○
O	100	—	0.5	17.7	—	○
P	100	—	1.0	17.7	—	○
Q	100	—	5.0	17.7	—	○
R	100	0.1	0.1	18.1	22.2	○
S	100	0.3	0.1	18.1	21.1	○
T	100	0.5	0.1	18.1	19.9	○
U	100	0.8	0.1	18.1	19.0	○
V	100	1.0	0.1	18.1	18.6	○
W	100	2.0	0.1	18.1	18.3	○
X	100	3.0	0.1	18.0	18.3	○
Y	100	5.0	0.1	18.0	18.3	○
Z	100	10.0	0.1	18.0	18.3	○

○:良好 ×:洗浄効果少

【0040】

【表10】

フッ素系溶剤 : パーフルオロブチルメチルエーテル(C₄F₉OCH₃)

	NPB (重量部)	フッ素系溶剤 (重量部)	フッ素系 界面活性剤 (重量部)	表面張力 (混合液) [dyn/cm]	表面張力 (蒸気相) [dyn/cm]	洗浄性
A	100	0	—	25.8	25.8	×
B	100	0.1	—	25.8	22.1	×
C	100	0.3	—	25.7	20.9	○
D	100	0.5	—	25.6	19.7	○
E	100	0.8	—	25.5	18.8	○
F	100	1.0	—	25.4	18.5	○
G	100	2.0	—	25.2	18.2	○
H	100	3.0	—	25.1	18.2	○
I	100	5.0	—	24.8	18.2	○
J	100	10.0	—	23.9	18.2	○
K	100	0.1	0.1	18.1	22.1	○
L	100	0.3	0.1	18.1	20.9	○
M	100	0.5	0.1	18.0	19.7	○
N	100	0.8	0.1	17.9	18.8	○
O	100	1.0	0.1	17.9	18.5	○
P	100	2.0	0.1	17.8	18.2	○
Q	100	3.0	0.1	17.7	18.2	○
R	100	5.0	0.1	17.5	18.2	○
S	100	10.0	0.1	17.4	18.2	○

○:良好 ×:洗浄効果少

【0041】

【表11】

フッ素系溶剤 : AK225 (旭硝子社製)

	NPB (重量部)	フッ素系溶剤 (重量部)	フッ素系 界面活性剤 (重量部)	表面張力 (混合液) [dyn/cm]	表面張力 (蒸気相) [dyn/cm]	洗浄性
A	100	0	—	25.8	25.8	×
B	100	0.1	—	25.8	22.9	×
C	100	0.3	—	25.8	21.9	○
D	100	0.6	—	25.7	20.9	○
E	100	0.8	—	25.7	20.2	○
F	100	1.0	—	25.6	19.9	○
G	100	2.0	—	25.6	19.6	○
H	100	3.0	—	25.3	19.6	○
I	100	5.0	—	25.1	19.6	○
J	100	10.0	—	24.8	19.6	○
K	100	0.1	0.1	18.1	22.2	○
L	100	0.3	0.1	18.1	21.9	○
M	100	0.5	0.1	18.1	20.9	○
N	100	0.8	0.1	18.0	20.2	○
O	100	1.0	0.1	18.0	19.9	○
P	100	2.0	0.1	17.9	19.6	○
Q	100	3.0	0.1	17.8	19.6	○
R	100	5.0	0.1	17.7	19.6	○
S	100	10.0	0.1	17.6	19.6	○

○:良好 ×:洗浄効果少

【0042】この試験結果から、フッ素系溶剤およびフッ素系界面活性剤の両方を混入すると、混合液の表面張力と蒸気相の表面張力の両方をともに低下させることができることがわかった。すなわち、液中洗浄および蒸気洗浄の両方に対応することができる。

【0043】

【発明の効果】本発明にかかるの洗浄用溶剤組成物によれば、ノルマルプロピルブロマイドに対しフッ素溶剤を混合すれば、その混合量がきわめて微量であっても、表面張力を大きく低下させることができる。特に蒸気洗浄においては、ノルマルプロピルブロマイドとフッ素系溶剤とが共沸するため、ノルマルプロピルブロマイドに対しフッ素系溶剤の割合が増大し、浸透力が大幅にアップする。この結果、被洗浄物にクリアランスやきわめて微細な隙間細部があってもこれらの奥部にまで浸透させることができ、細部にわたって非常に良好な洗浄を行うことができる。しかも、フッ素系溶剤の混合量はごくわずかな量で済むため、K B 値が低く洗浄性が若干劣るフッ素系溶剤を混ぜてもさほど影響はなく、従来と遜色ない洗浄を行うことができる。

【0044】また、本発明にかかる第2の洗浄用溶剤組

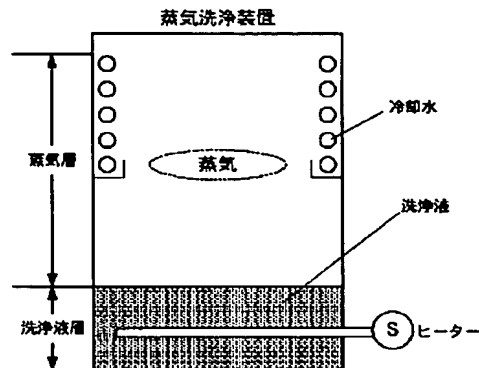
成物によれば、ノルマルプロピルブロマイドに対しフッ素系界面活性剤を混合すれば、その混合量がきわめて微量であっても、表面張力を大きく低下させることができる。これにより、液中洗浄においては、前述同様、浸透性が増して、細部にまで行き渡らせることができ、非常に良好な洗浄を行うことができる。

【0045】また、本発明にかかる第3の洗浄用溶剤組成物によれば、ノルマルプロピルブロマイドに対し、フッ素系溶剤とフッ素系界面活性剤との両方を混合することで、フッ素系溶剤とフッ素系界面活性剤の両方の優れた面を兼ね備えた洗浄用溶剤にすることができる。すなわち、液中洗浄および蒸気洗浄の双方において優れた洗浄性を発揮する。特に、フッ素系界面活性剤とともにフッ素系溶剤が混合されることで、フッ素系溶剤が消泡剤として機能し、フッ素系界面活性剤の混入による気泡の発生を抑制し、被洗浄物へ悪影響を及ぼすのを防止することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明にかかる洗浄用溶剤組成物について行った洗浄力試験で使用した蒸気洗浄装置を説明する説明図である。

【図1】



【手続補正書】

【提出日】平成12年8月29日（2000. 8. 29）

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】請求項1

【補正方法】変更

【補正内容】

【請求項1】（a）ノルマルプロピルブロマイド100重量部に対し、（b）沸点が40～70℃のフッ素系溶剤を0.3～5.0重量部混合してなることを特徴とする洗浄用溶剤組成物。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】請求項3

【補正方法】変更

【補正内容】

【請求項3】（a）ノルマルプロピルブロマイド100重量部に対し、（b）沸点が40～70℃のフッ素系溶剤を0.3～5.0重量部、（c）フッ素系界面活性剤としてアクリル酸ポリオキシアルキレングリコールモノエステルアクリル酸-N-ペルフルオロオクチルスルホニル-N-アルキルアミノエチル共重合物を0.05～5.0重量部混合してなることを特徴とする洗浄用溶剤組成物。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0006

【補正方法】変更

【補正内容】

【0006】

【課題を解決するための手段】このような目的を達成するために本発明にかかる第1の洗浄用溶剤組成物においては、（a）ノルマルプロピルブロマイド100重量部

に対して、（b）沸点が40～70℃のフッ素系溶剤を0.3～5.0重量部混合してなることを特徴とする。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0011

【補正方法】変更

【補正内容】

【0011】また、本発明にかかる第3の洗浄用溶剤においては、（a）ノルマルプロピルブロマイド100重量部に対し、（b）沸点が40～70℃のフッ素系溶剤を0.3～5.0重量部、（c）フッ素系界面活性剤としてアクリル酸ポリオキシアルキレングリコールモノエステルアクリル酸-N-ペルフルオロオクチルスルホニル-N-アルキルアミノエチル共重合物を0.05～5.0重量部混合してなることを特徴とする。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0014

【補正方法】変更

【補正内容】

【0014】[タイプ1]

（a）ノルマルプロピルブロマイド100重量部に対し、（b）沸点が40～70℃のフッ素系溶剤0.3～5.0重量部混合してなる洗浄用溶剤組成物。

[タイプ2]

（a）ノルマルプロピルブロマイド100重量部に対し、（b）フッ素系界面活性剤としてアクリル酸ポリオキシアルキレングリコールモノエステルアクリル酸-N-ペルフルオロオクチルスルホニル-N-アルキルアミノエチル共重合物を0.05～5.0重量部混合してなる洗浄用溶剤組成物。

[タイプ3]

（a）ノルマルプロピルブロマイド100重量部に対

し、(b) 沸点が40～70℃のフッ素系溶剤を0.3～5.0重量部、(c) フッ素系界面活性剤としてアクリル酸ポリオキシアルキレングリコールモノエステルアクリル酸-N-ペルフルオロオクチルスルホニル-N-アルキルアミノエチル共重合体 (ANPNA) を0.05～5.0重量部混合してなる洗浄用溶剤組成物。

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0016

【補正方法】変更

【補正内容】

【0016】また、フッ素系溶剤の混合量をNPB10

0重量部に対し0.3～5.0重量部と設定したのは次の理由による。つまり、フッ素系溶剤はもともとKB値が低く、これを大量に混入してしまうと、溶剤全体のKB値が低下してしまい、当初所定していた洗浄性能が得られない。しかも、溶剤の混合量が多すぎても、その混合量に見合った効果が得られず、あまり意味がない。また、オゾン破壊係数や温暖化係数の小さく環境上問題なく使用可能なフッ素系溶剤は高価であることから、経済的な理由でなるべく使用量は控えた方が好ましい。つまり、フッ素系溶剤の混合量は少なければ少ないほどよいのである。

フロントページの続き

(51) Int. Cl.⁷

C11D 7/28

識別記号

FI

C11D 7/28

ターマコード* (参考)